

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-160349

(43)Date of publication of application : 03.06.1992

(51)Int.Cl.

G01N 21/35

(21)Application number : 02-285734

(71)Applicant : NKK CORP

(22)Date of filing : 25.10.1990

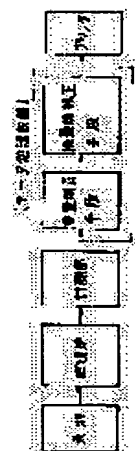
(72)Inventor : MATSUMARU NAOTO
AKIYOSHI TAKANORI
SUGIMOTO KAZUMASA

(54) APPARATUS FOR SIMULTANEOUS ANALYSIS OF C AND S

(57)Abstract:

PURPOSE: To increase the degree of accuracy and, in addition, to enable analysis of the quantity of C and the quantity of S in a wide component range without changing conditions of measurement, by providing a weight correcting means for measured values and a means of correcting a working curve in accordance with the measured values subjected to the weight correction.

CONSTITUTION: A sample weighed by a balance is put in a crucible made of ceramics and burnt in an oxygen flow. At this time, carbon and sulfur in the sample are turned into CO₂, CO and SO₂ and they are carried by the oxygen flow and led to a non-dispersive infrared detector (measuring element). Herein the concentration of gas is measured and the quantities of C and S are calculated from the concentration of gas. Next, the entire concentration areas of C and S are divided by a weight correcting means, and with a difference between the average measured values of C and S in a sample of a standard weight in each discrete concentration area and the average measured values of C and S of a sample of an arbitrary weight smaller than the standard weight, used as a deviation number, the weight correction of the measured values is executed. By a working curve correcting means, subsequently, correction of a working curve is executed in accordance with the measured values subjected to the weight correction, on the basis of a plurality of working curve coefficients corresponding to the concentration areas of C and S.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-160349

⑬ Int. Cl.⁵
G 01 N 21/35

識別記号 庁内整理番号
Z 7529-2J

⑭ 公開 平成4年(1992)6月3日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 CおよびS同時分析装置

⑯ 特 願 平2-285734

⑰ 出 願 平2(1990)10月25日

⑱ 発 明 者 松 丸 直 人 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
⑱ 発 明 者 秋 吉 孝 則 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
⑱ 発 明 者 杉 本 和 巨 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社
⑲ 出 願 人 日本鋼管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号
⑳ 代 理 人 弁理士 苔米地 正敏

明 細 書

1. 発明の名称

CおよびS同時分析装置

2. 特許請求の範囲

- (1) 燃焼-赤外線方式によるCおよびS同時分析装置において、CおよびSの全濃度領域を分割し、分割された各個別の濃度領域における標準重量の試料のCおよびSの平均測定値と前記標準重量よりも小さい任意の重量の試料のCおよびSの平均測定値との差を偏数として実測定値の重量補正を行う重量補正手段と、CおよびSの濃度領域に応じた複数の検量線係数に基づき、前記重量補正された測定値に応じて検量線補正を行う検量線補正手段とを備えたCおよびS同時分析装置。
- (2) 燃焼-赤外線方式によるCおよびS同時分析装置において、CおよびSの全濃度領域における標準重量の試料のCおよびSの平均測定値と前記標準重量よりも小さい任意の重量の試料のCおよびSの平均測定値との差 x に関する重量

補正式 $f(x) = y$ により実測定値の重量補正を行う重量補正手段と、CおよびSの濃度領域に応じた複数の検量線係数に基づき、前記重量補正された測定値に応じて検量線補正を行う検量線補正手段とを備えたCおよびS同時分析装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、鋼中のC量およびS量を同時に測定することができる赤外線-燃焼方式によるCおよびS同時分析装置の改良に関する。

〔従来の技術および解決すべき課題〕

従来一般に用いられている赤外線-燃焼方式によるCおよびS同時分析装置は、通常試料として切粉が用いられ、秤量範囲を $1g \pm 0.2g$ 程度として分析が行われるようになっている。

しかし、この種の分析では、試料として打ち抜き材料が用いられる場合があり、このような試料は、その重量が $0.5 \sim 0.7g$ 程度であることから、標準品 ($1g \pm 0.2g$) で測定した場合に較べ、重量による差から正確度が悪くなるという問題が

第 2 表

C (炭素)		S (硫黄)	
濃 度	方 法	濃 度	方 法
100ppm±?	A	100ppm±?	E
100ppm~0.5%	B	100ppm~0.05%	B
0.5~1.0%	C	0.06~0.3%	D

1) A、B は別装置で測定

ii) B、C、D は同一装置で検量線を変更して測定

本発明はこのような従来の問題に鑑みなされたもので、測定値の正確度が高く、しかも測定条件を改えることなく広い成分範囲のC量、S量を分析測定することができる装置の提供をその目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

このため本発明の装置は、つぎのような構成を有する。

- (1) 燃焼-赤外線方式によるCおよびS同時分析装置において、CおよびSの全濃度領域を分割し、分割された各個別の濃度領域における標準重量の試料のCおよびSの平均測定値

ある。

第1表に、1gの試料で測定を行った場合の正確さと、0.5gの試料で測定を行った場合に必要となる重量補正量の一例を示す。

第 1 表

	C (炭素)			S (硫黄)		
	St値 (wt%)	正確さ (wt%)	重量補正 (%)	St値 (wt%)	正確さ (wt%)	重量補正 (%)
JSS 023-7	0.122	0.1208	1.2	0.0213	0.0204	1.8

St値:スタンダード値

この種の分析では、CおよびSともに正確さは2%以内とし、重量補正はCで1%以内、Sで1.5%以内が目標であり、第1表に示されるように、従来装置はこのように目標を満足するものではなかった。

また、従来の装置では、同一測定条件にもかかわらず、CおよびSともに低値(ppmオーダー)から高値まで検量線を区別しなければならず、第2表に示すように測定濃度に合わせ分析方法を変えていた。

と前記標準重量よりも小さい任意の重量の試料のCおよびSの平均測定値との差を偏数として実測定値の重量補正を行う重量補正手段と、CおよびSの濃度領域に応じた複数の検量線係数に基づき、前記重量補正された測定値に応じて検量線補正を行う検量線補正手段とを備えたCおよびS同時分析装置。

- (2) 燃焼-赤外線方式によるCおよびS同時分析装置において、CおよびSの全濃度領域における標準重量の試料のCおよびSの平均測定値と前記標準重量よりも小さい任意の重量の試料のCおよびSの平均測定値との差 x に関する重量補正式 $f(x)=y$ により実測定値の重量補正を行う重量補正手段と、CおよびSの濃度領域に応じた複数の検量線係数に基づき、前記重量補正された測定値に応じた検量線補正を行う検量線補正手段とを備えたCおよびS同時分析装置。

〔作用〕

第1図は本発明の基本構成図である。天秤で秤

量された試料は、磁製ルツボに投入され、このルツボを燃焼炉にセットし、試料を酸素気流中にて燃焼させる。この時、試料中の炭素、硫黄は二酸化炭素(CO₂)、一酸化炭素(CO)、二酸化硫黄(SO₂)に変換され、酸素気流に搬送されて、非分散赤外線検出器(計測部)に導かれる。上記はガスは、CO₂、CO、SO₂の各検出器によりガス濃度が測定され、このガス濃度から、CおよびS量が算出される。データ処理装置では、重量補正手段と検量線補正手段により上記測定値の重量補正と検量線補正がなされる。

第2図はこのような補正処理のフローを示すものである。データ処理装置は測定条件に対応した複数の校正式、重量補正テーブル(または重量補正式)及び検量線補正テーブルを有しており、測定条件に応じて校正式、重量補正テーブル(または重量補正式)及び検量線補正テーブルを選択し、その組み合わせを決める。そして、まず従来と同様に、校正式 $Y = AX + B$ によりCおよびSの測定値(以下C/S値と記す)の標準化を行い、

$(C/S \text{ 値})'$ を得る。

次いで、重量補正手段による重量補正を行う。重量補正手段は、重量補正テーブル処理に基づいて重量補正を行うテーブル処理方式と、重量補正式に基づいて重量補正を行う関数処理方式とがある。

このうちテーブル処理方式は、CおよびS量の全濃度領域をいくつかに分け、これら個別の濃度域毎に、標準重量（例えば、1g）の試料の平均測定値と前記標準重量よりも小さい任意の重量（例えば、0.5g）の試料の平均測定値との差を偏数として重量補正を行うものである。この方式では、重量補正手段は、前記各濃度域に応じた偏数の重量補正テーブルを有しており、測定値 $(C/S \text{ 値})'$ の濃度に応じた偏数を用い、下記変換式による重量補正によって測定値 $(C/S \text{ 値})''$ が得られる。

$$(C/S \text{ 値})'' = (C/S \text{ 値})' \times 50 / (50 - Z + Z \times W)$$

但し、Z：偏数
W：試料重量

例えば、1g（標準重量）の試料と0.5gの試

料の各平均値の差を偏数として用いる場合を例にとると、第3図に示すように、1gと0.5gの試料の濃度（平均測定値）差の傾きは、

$$(C/S \text{ 値})'' \times \frac{Z}{100} \times \frac{1}{1-0.5} \\ = \frac{Z}{50} \times (C/S \text{ 値})''$$

であり、切片をBとすると、

$$(C/S \text{ 値})' = \frac{Z}{50} \times (C/S \text{ 値})'' \times W + B$$

$$(C/S \text{ 値})'' = \frac{Z}{50} \times (C/S \text{ 値})' \times 1 + B$$

が成立し、したがって、上記(1)式により $(C/S \text{ 値})''$ を求めることができる。

また、関数処理方式では、C、S量の全濃度領域における、標準重量（例えば、1g）の試料の平均測定値と前記標準重量よりも小さい任意の重量（例えば、0.5g）の試料の平均測定値との差xに関する重量補正式 $f(x) = y$ により重量補正が行われる。

以上のようにして重量補正された測定値は、検査線補正手段により補正された検査線に基づき測

定値 $(C/S \text{ 値})'''$ 、すなわち、分析値に変換される。

検査線補正手段は、C、Sの濃度領域に応じた複数の検査線（係数）を有しており、その検査線補正テーブルによりデータ変換がなされる。例えば、第4図に示すように、上記重量補正された測定値 $(C/S \text{ 値})''$ の強度に応じて①～④のいずれかの検査線を用いて $(C/S \text{ 値})'''$ が求められる。（実施例）

テーブル処理方式の重量補正手段を有する本発明装置と、従来の装置による分析値の正確度および重量補正値を第3表に示す。

同表からも明らかなように、本発明装置によれば、重量補正はCで1%以内、Sで1.5%以内であり、正確さは従来装置に比べ大幅に向上している。

表 3

試料標準値	C (鉄炭)				S (硫炭)			
	正誤差(%)		重量補正(S)		正誤差(%)		重量補正(S)	
	従来	本発明	従来	本発明	従来	本発明	従来	本発明
	St値(%)	St値(%)	St値(%)	St値(%)	St値(%)	St値(%)	St値(%)	St値(%)
JIS 611-B	0.86	0.8652	0.8610	-0.4	0.0015	0.0015	0.0013	0.0015
JIS 201-10	0.05	0.0521	0.0502	-0.3	-	-	-	-
JIS 030-5	0.186	0.1810	0.1841	0.4	0.0149	0.0150	0.0156	0.0150

*St値：スタンダード値

また、複数の検量線を登録できることから、測定法を第4表に示すように簡素化することができた。

第4表

C(炭素)		S(硫黄)	
濃度	方法	濃度	方法
100ppmまで	A	100ppmまで	B
100ppm~0.5%	B	100ppm~0.06%	B
0.5~1.0%	B	0.06~0.3%	B

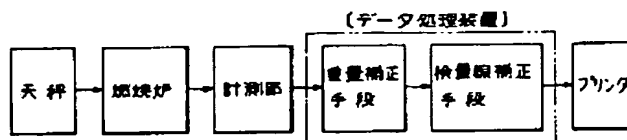
〔発明の効果〕

以上述べた本発明によれば、試料重量が0.5~0.7g程度でも高い正確度の分析値が得られ、加えて同一測定条件では、分析方法を変えることなく測定を行うことができ、従来に較べ分析作業を簡素化することができる。

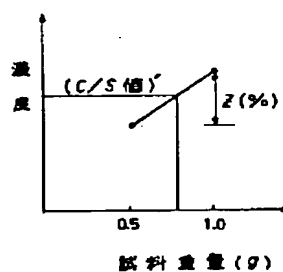
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の基本構成図である。第2図は本発明装置による補正処理フロー図である。第3図はテーブル処理方式による重量補正の原理を示すグラフである。第4図は本発明装置に登録される検量線の一例を模式的に示したものである。

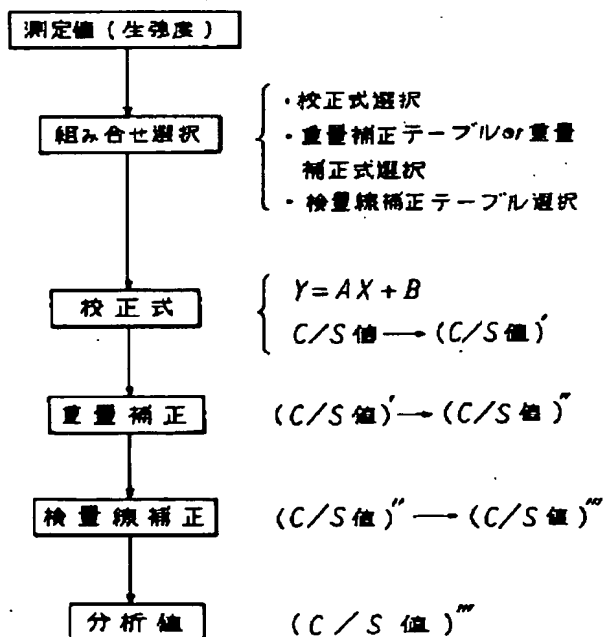
第1図



第2図



第3図



第4図

